

引用文献1

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-66224

⑬ Int. Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和61年(1986)4月5日

G 11 B 5/842

7314-5D

B 01 J 13/00

8317-4G

G 11 B 5/708

7350-5D

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑮ 発明の名称 磁気記録媒体の製造方法

⑯ 特 願 昭59-187547

⑰ 出 願 昭59(1984)9月6日

⑱ 発 明 者 青 山 茂 夫 茨木市丑寅1丁目1番88号 日立マクセル株式会社内

⑲ 発 明 者 戸 川 文 夫 茨木市丑寅1丁目1番88号 日立マクセル株式会社内

⑳ 出 願 人 日立マクセル株式会社 茨木市丑寅1丁目1番88号

㉑ 代 理 人 弁理士 高岡 一春

#### 明 細 書

##### 1. 発明の名称

磁気記録媒体の製造方法

##### 2. 特許請求の範囲

1. 磁性粉末をアルコールで分散し、次いで、得られた磁性粉末のアルコール分散液をアルコールと混合し得る溶剤で処理して磁性粉末の分散媒をアルコールからアルコールと混合し得る溶剤に置換した後、これをこの置換した溶剤に可溶な結合剤樹脂およびこの置換した溶剤と同じ溶剤とともに混合分散して磁性塗料を調製し、この磁性塗料を基体上に塗布し、乾燥して磁性層を形成することを特徴とする磁気記録媒体の製造方法

2. 磁性粉末を分散するアルコールが、炭素原子数1～5の低級アルコールである特許請求の範囲第1項記載の磁気記録媒体の製造方法

3. 磁性粉末のアルコールでの分散を、ニード、ボールミル、サンドミル、ディスパ、超音波等の分散機を用いて行う特許請求の範囲第1項記載の磁気記録媒体の製造方法

4. アルコールと混合し得る溶剤が、ケトン系溶剤、エステル系溶剤、芳香族炭化水素系溶剤、炭化水素系溶剤、酸アミド系溶剤、スルホキシド系溶剤、エーテル系溶剤から選ばれるいずれか一種、または二種以上を混合した有機溶剤、もしくは、水である特許請求の範囲第1項記載の磁気記録媒体の製造方法

5. 磁性粉末が、酸化鉄磁性粉末または粒子表面を予め酸化して耐食処理を施した金属磁性粉末である特許請求の範囲第1項記載の磁気記録媒体の製造方法

6. 磁性粉末のアルコール分散液中にアルコールに可溶な表面改質剤を含有させる特許請求の範囲第1項記載の磁気記録媒体の製造方法

7. 磁性粉末の分散媒のアルコールからアルコールと混合し得る溶剤への置換処理を透過時に行う特許請求の範囲第1項記載の磁気記録媒体の製造方法

##### 3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

この発明は磁気記録媒体の製造方法に関し、さらに詳しくは、磁性粉末の分散性に優れ、表面平滑性が良好で電気的特性に優れた磁性層を有する磁気記録媒体の製造方法に関する。

〔従来の技術〕

磁気記録媒体は、通常、結合剤成分を溶解し得る溶剤に結合剤樹脂を溶解し、この溶液中に磁性粉末、およびその他の必要成分を混合分散して磁性塗料を調製し、この磁性塗料をポリエステルフィルムなどの基体上に塗布、乾燥してつくられており、磁性層の表面平滑性が良好で電気的特性に優れたものが要求される。

そのため、使用する磁性粉末を結合剤樹脂中にできるだけ均一に分散させた磁性塗料を調製し、磁性粉末を磁性層中にできるだけ均一に分散させるのが望ましい。

〔発明が解決しようとする問題点〕

ところが、従来の方法では、親水性の磁性粉末の表面になじみにくい親油性の有機溶剤や、あるいは、親水性の磁性粉末の表面になじみやすいもの

の、いまひとつ磁性粉末との親和性が充分でない水等を、最初から結合剤樹脂を溶解し、また磁性粉末等を分散させる溶剤として使用し、これらの溶剤でもって、磁性粉末をこれらの溶剤に可溶な結合剤樹脂とともに混合分散させて、磁性塗料を調製しているため、磁性粉末をいまひとつ十分に均一に分散できず、磁性層の表面平滑性を良好にして電気的特性を充分に向上できない難点がある。

〔問題点を解決するための手段〕

この発明はかかる現状に鑑み種々検討を行った結果なされたもので、磁性粉末をこの磁性粉末と最もなじみやすくして親和性の良好なアルコールで分散し、次いで、得られた磁性粉末のアルコール分散液をアルコールと混合し得る溶剤で処理して磁性粉末の分散媒をアルコールからアルコールと混合し得る溶剤に置換した後、これをこの置換した溶剤に可溶な結合剤樹脂およびこの置換した溶剤と同じ溶剤とともに混合分散して磁性塗料を調製し、この磁性塗料を基体上に塗布し、乾燥して

磁性層を形成することによって、磁性粉末を磁性塗料中に均一に分散させ、磁性層中の磁性粉末の分散性を充分に改善して、磁性層の表面平滑性を良好にし、電気的特性を一段と向上させたものである。

この発明において磁性粉末を分散するアルコールとしては、たとえば、メタノール、エタノール、プロパノール、イソプロパノール、ブタノール、ペンタノールなどの炭素原子数が1～5の低級アルコールが使用され、これらの低級アルコールは親水性の磁性粉末の表面となじみやすく、磁性粉末との親和性が極めて良好なため、これらのアルコールを用いると磁性粉末は極めて良好に分散される。これらのアルコールによる磁性粉末の分散は、ニアダ、ボールミル、サンドミル、ディスパ、超音波等の従来から公知の種々の分散機を用いて行われる。

また、このようにして得られた磁性粉末のアルコール分散液を、アルコールと混合し得る溶剤で処理して行うアルコールからアルコールと混合し

得る溶剤への磁性粉末の分散媒の置換は、磁性粉末のアルコール分散液をフネルタで通過した後、フネルタ上の磁性粉末が乾かないうちにアルコールと混合し得る溶剤をフィルター中に注いで磁性粉末を洗浄しながら行われる。従って、アルコール等の分散媒が一旦乾燥された場合に生じやすい磁性粉末の凝集が全く生ぜず、磁性粉末の分散性が一段と向上される。このようなアルコールと混合し得る溶剤としては、たとえば、シクロヘキサノン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトンなどのケトン系溶剤、酢酸エチル、酢酸ブチルなどのエステル系溶剤、ベンゼン、トルエン、キシレンなどの芳香族炭化水素系溶剤、ヘキサノン、ヘプタンなどの炭化水素系溶剤、ジメチルホルムアミドなどの酸アミド系溶剤、ジメチルスルホキシドなどのスルホキシド系溶剤、テトラヒドロフラン、ジオキサノンなどのエーテル系溶剤等から選ばれるいずれか一種、あるいは二種以上を混合した有機溶剤、もしくは水が使用される。

このように分散媒がアルコールからアルコール

と混合し得る溶剤に置換された磁性粉末は、置換された前記の有機溶剤もしくは水などの分散媒が分散する前にそのまま使用されて、この置換された分散媒と同じ溶剤およびこの溶剤に可溶な結合剤樹脂とともに混合分散され、磁性塗料が調製される。このように、磁性粉末は最終的に結合剤樹脂を溶解し磁性塗料を調製するのに使用する有機溶剤または水等の溶剤と同じ分散媒に置換された状態で使用されるため、磁性塗料中に極めて良好かつ均一に分散され、また磁性粉末を分散したアルコールが一旦乾燥されることもないため乾燥による磁性粉末の凝集が全く生ぜず、従って磁性粉末の分散性が一段と向上され、このようにして得られた磁性塗料を基体上に塗布し、乾燥すると磁性層の表面平滑性が一段と良好で電気的特性が一段と優れた磁気記録媒体が得られる。

このように磁性粉末を、まず磁性粉末との親和性が最も良好なアルコールで分散し、次いで、この磁性粉末のアルコール分散液を、アルコールと混合し得る溶剤で処理して磁性粉末の分散媒をア

ルコールからアルコールと混合し得る溶剤に置換し、これをこの置換した溶剤と同じ溶剤およびこの置換した溶剤に可溶な結合剤樹脂とともに混合分散して磁性塗料を調製すると、磁性塗料中での磁性粉末の分散性が十分に改善されるが、磁性粉末のアルコール分散液中にアルコールに可溶な表面改質剤を加えると、この種の表面改質剤が磁性粉末の粒子表面に良好に被着して被膜が形成され、この被膜によりアルコールと置換される溶剤と磁性粉末との親和性がさらに改善されると同時に、粒子同士の接近、凝集が妨げられるため、磁性粉末の分散性と分散安定性がさらに一段と改善され、磁性層の表面平滑性がさらに改善されて、電気的特性がさらに一段と向上する。

このようなアルコールに可溶な表面改質剤としては、たとえば、分子量が2000~8000のポリビニルブチラール、ポリアクリル酸のアルキルアミン塩、ポリアクリル酸塩、ポリアクリル酸エステル、ポリマレイン酸のアルキルアミン塩、ポリマレイン酸エステル、ポリマレイン酸ポリエ

テル、および分子量が2000以下のジアルキルスルホコハク酸ソーダ、高級アルコールリン酸エステル、アルキルアミン塩、ソルビタンモノラウレート、シランカップリング剤、チタンカップリング剤、アルミニウムカップリング剤などのカップリング剤などが好ましく使用される。使用量は、磁性粉末に対して0.1~10重量%の範囲内で使用するのが好ましく、少なすぎると磁性粉末の分散性が十分に改善されず、多すぎると磁性層の表面平滑性が劣化する。

この発明に使用する磁性粉末としては、たとえば $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 粉末、 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 粉末、 $\text{Co}$ 含有 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 粉末、 $\text{Co}$ 含有 $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 粉末、バリウムフェライト、ストロンチウムフェライトなどの酸化鉄磁性粉末、および粒子表面を予め酸化して耐食処理を施した $\text{Fe}$ 粉末、 $\text{Co}$ 粉末、 $\text{Fe-Ni}$ 粉末などの金属磁性粉末が好適なものとして使用される。

また、結合剤樹脂としては、塩化ビニル-酢酸ビニル系共重合体、ポリビニルブチラール樹脂、

繊維素系樹脂、ポリエステル系樹脂、ポリウレタン系樹脂、イソシアネート化合物など従来から汎用されている結合剤樹脂がいずれも用いられ、有機溶剤としては前記した溶剤置換の際に使用されるものがいずれも単独または二種以上混合して使用される。

なお、磁性塗料中には通常使用されている各種添加剤、たとえば潤滑剤、研磨剤、帯電防止剤などを適宜に添加使用してもよい。

#### (実施例)

次に、この発明の実施例について説明する。

#### 実施例1

針状 $\text{Co}$ 含有 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 磁 100重量部  
性粉末

エタノール 200 "

高級アルコールリン酸エステル 10 "

上記の成分をボールミルで約100時間混合分散して分散液を調製し、その後、この分散液にエタノール800重量部を加えて、さらにホモミキサーで10時間混合分散し、希薄な分散液を調製

した。次いで、この分散液をフィルターに注いで濾過し、エタノールが乾かないうちに500重量部のメチルイソブチルケトンと500重量部のトルエンとの混合溶剤を、フィルターに注いで磁性粉末を洗浄すると同時に分散媒をエタノールからメチルイソブチルケトンとトルエンとの混合溶剤に置換した。このようにして得られた針状C<sub>60</sub>含有 $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>磁性粉末を混合溶剤が揮散しないうちに使用し、

針状C<sub>60</sub>含有 $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>磁性粉末 100重量部

V A G H (米国U.C.C 社製、塩化ビニル-酢酸ビニル-ビニルアルコール共重合体) 18 "

タケラック E-551 T (武田薬品工業社製、ポリウレタンエラストマー) 12 "

デスモジュール L (バイエル社製、三官能性低分子量イソシアネート化合物) 3 "

粒子表面を予め酸化して耐食処理を施した $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>磁性粉末を使用した以外は、実施例1と同様にして $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>磁性粉末のエタノール分散液を調製し、磁気テープをつくった。

#### 比較例1

実施例1において、針状C<sub>60</sub>含有 $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>磁性粉末のエタノールでの分散およびエタノールから混合溶剤への溶剤置換を行わない以外は実施例1と同様にして磁気テープをつくった。

#### 比較例2

実施例3において、粒子表面を予め酸化して耐食処理を施した $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>磁性粉末のエタノールでの分散およびエタノールから混合溶剤への溶剤置換を行わない以外は実施例3と同様にして磁気テープをつくった。

各実施例および比較例で得られた磁気テープについて、15 KHzにおける出力、DCノイズおよび磁性層の表面粗さを測定した。磁性層の表面粗さは触針式表面粗さ計で測定し、表面粗さの数値はセンターラインアベレージ (C. L. A) で表

バルミチン酸 2 "  
メチルイソブチルケトン 80 "  
トルエン 80 "

の組成からなる混合物をボールミルで約100時間混合分散して磁性塗料を調製した。この磁性塗料を厚さ12 $\mu$ のポリエステルフィルム上に乾燥厚が約3 $\mu$ となるように塗布、乾燥し、表面処理を行った後、所定の巾に裁断して磁気テープをつくった。

#### 実施例2

実施例1における針状C<sub>60</sub>含有 $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>磁性粉末のエタノール分散液の調製において、高級アルコールリン酸エステルを省いた以外は実施例1と同様にして針状C<sub>60</sub>含有 $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>磁性粉末のエタノール分散液を調製し、磁気テープをつくった。

#### 実施例3

実施例1における針状C<sub>60</sub>含有 $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>磁性粉末のエタノール分散液の調製において、針状C<sub>60</sub>含有 $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>磁性粉末に代えて、粒

した。

下表はその結果である。

表

	出力 (15KHz) (dB)	DCノイズ (dB)	表面粗さ ( $\mu$ )
実施例1	+4.0	-59.0	0.003
" 2	+2.0	-57.0	0.007
" 3	+7.0	-55.0	0.005
比較例1	0	-53.0	0.015
" 2	+4.0	-51.0	0.018

#### (発明の効果)

上表から明らかなように、この発明で得られた磁気テープ (実施例1ないし3) は、従来の磁気テープ (比較例1および2) に比し、出力が大きく、またDCノイズが低くて表面粗さが小さく、このことから、この発明の製造方法によれば、磁

特開昭 61- 66224 (5)

性粉末の分散性が充分に改善され、磁性層の表面  
平滑性が極めて良好で一段と電気的特性に優れた  
磁気記録媒体が得られるのがわかる。

特許出願人 日立マクセル株式会社  
代理人 高岡 一 春

